

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

Seichi HAYASHI et al.  
Jordan and Hamburg LLP  
212-986-2340  
F-6971  
#2  
Priority Doc  
DAUGHTON  
8-10-01  
JCS03 U.S. PTO  
09/852111  
05/09/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日  
Date of Application:

2000年 5月10日

出願番号  
Application Number:

特願2000-137629

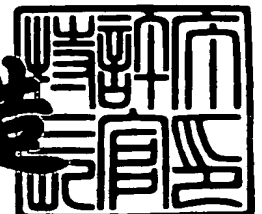
出願人  
Applicant(s):

理学電機株式会社

2001年 4月20日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3033852

【書類名】 特許願

【整理番号】 0271

【提出日】 平成12年 5月10日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 G01N 23/20

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都昭島市松原町 3 - 9 - 1 2 理学電機株式会社内

    【氏名】 林 精一

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都昭島市松原町 3 - 9 - 1 2 理学電機株式会社内

    【氏名】 原田 仁平

【特許出願人】

    【識別番号】 000250339

    【住所又は居所】 東京都昭島市松原町 3 - 9 - 1 2

    【氏名又は名称】 理学電機株式会社

    【代表者】 志村 晶

【代理人】

    【識別番号】 100101867

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 山本 寿武

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 033466

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9203149

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 薄膜測定装置及びその方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 密閉された薄膜形成炉内に基板を配置し、該基板表面に薄膜を形成する薄膜形成装置において、

前記薄膜形成炉と連通する所定箇所に設けられ、前記薄膜形成炉から流入してくる薄膜物質の発生流がサンプル基板の表面に付着する姿勢をもって該サンプル基板を配置可能な測定部と、

この測定部の側壁に設けた X 線入射窓及び X 線取出窓と、

前記薄膜形成炉の外部に設置され、前記 X 線入射窓を透して測定部のサンプル基板に X 線を照射するとともに、該サンプル基板にて反射してきた X 線を前記 X 線取出窓を透して検出する X 線測定手段と、

を備えたことを特徴とする薄膜測定装置。

【請求項 2】 請求項 1 記載の薄膜測定装置において、

前記薄膜形成装置による薄膜形成に関する所要の基準情報をあらかじめ蓄積するとともに、該基準情報に基づき前記 X 線測定手段による測定動作を制御する制御手段を備えたことを特徴とする薄膜測定装置。

【請求項 3】 請求項 1 又は 2 記載の薄膜測定装置において、

前記 X 線入射窓及び X 線取出窓は、前記薄膜形成炉から前記測定部に流入してくる薄膜物質の発生流に対し内面を非対向方向へ向けて配置してあることを特徴とする薄膜測定装置。

【請求項 4】 請求項 1 乃至 3 のいずれか一項に記載の薄膜測定装置において、

前記薄膜形成炉内の雰囲気を変えることなく、前記測定部に配置したサンプル基板又はその表面を交換するサンプル基板交換手段を備えたことを特徴とする薄膜測定装置。

【請求項 5】 請求項 2 記載の薄膜測定装置を用いた薄膜測定方法であって

前記基準情報に基づき薄膜形成の終期に近づくに伴い前記 X 線測定手段による

測定間隔を短縮していくことを特徴とする薄膜測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

この発明は、真空蒸着装置やスパッタ装置等の薄膜形成装置に併設され、同装置により基板表面に形成される薄膜をX線を用いてその場でリアルタイムに測定するための薄膜測定装置とその方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

薄膜形成炉内で基板表面に形成される薄膜をその場でリアルタイムに測定するその場観測技術（in-situ）は、薄膜の高精度な形成にとって極めて重要である。従来、この種のその場観測に用いられる薄膜測定装置として、例えば、レーザー光干渉法を利用した光学式薄膜測定装置が知られている。

【0003】

この光学式薄膜測定装置は、特に誘電体などの透明な薄膜の測定に利用され、薄膜形成炉内に配置した薄膜形成基板の表面にレーザー光を照射し、該表面から反射してくる光線の強度をフォトセルにより検出する構成となっている。フォトセルで検出される反射光の強度は、基板表面と薄膜表面からの反射光の相互干渉によって周期的な特性を示し、その周期の数によって膜厚が測定される（早川茂，和佐清孝：「薄膜測定技術 第2版」（共立出版）、145頁参照）。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

上記従来の光学式薄膜測定装置では、光の波長に基づく測定限界があり、その限界以上の測定精度を得ることができない。しかしながら、近年の薄膜製造に対する産業界の要求は高く、数オングストロームレベルの極めて高い膜厚精度が要求されることが多く、上記光学式薄膜測定装置に代わる薄膜測定装置が求められていた。

【0005】

本発明は、このような事情に鑑みてなされたもので、X線を用いて極めて高精

度なその場観測による薄膜測定を実現し得る薄膜測定装置の提供を目的とする。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、請求項 1 の発明は、密閉された薄膜形成炉内に基板を配置し、該基板表面に薄膜を形成する薄膜形成装置において、薄膜形成炉と連通する所定箇所に設けられ、薄膜形成炉から流入してくる薄膜物質の発生流がサンプル基板の表面に付着する姿勢をもって該サンプル基板を配置可能な測定部と、この測定部の側壁に設けた X 線入射窓及び X 線取出窓と、薄膜形成炉の外部に設置され、X 線入射窓を透して測定部のサンプル基板に X 線を照射するとともに、該サンプル基板にて反射してきた X 線を X 線取出窓を透して検出する X 線測定手段と、を備えたことを特徴とする。

【 0 0 0 7 】

上記構成の本発明によれば、X 線を用いて薄膜を測定するので、極めて高精度なその場観測による薄膜測定を実現することができる。

なお、本出願人は、薄膜形成炉に常設された観察窓を透して X 線を入射させるとともに、炉内の基板表面で反射してきた X 線を同じく別の観察窓から取り出して X 線測定を実施する構成の X 線測定装置も、先に提案しているが（特願平 1 1 - 2 4 1 2 3 5 号）、薄膜形成炉に常設された観察窓から X 線を入射及び取り出す先の提案発明の場合、X 線光学系の配置が観察窓の形成位置により制限される可能性がある。これに対して本発明では、X 線入射窓及び X 線取出窓を側壁に有する測定部を別途備えるので、X 線測定手段を周囲の環境も考慮して柔軟に配置することが可能となる。

【 0 0 0 8 】

ここで、X 線測定手段としては、例えば、X 線反射率測定による薄膜の膜厚、密度、表面粗さ等の測定を可能とする X 線光学系の他、X 線回折測定による薄膜の結晶構造等の性状分析を可能とする X 線光学系を採用することができる。

【 0 0 0 9 】

また、請求項 2 の発明は、薄膜形成装置による薄膜形成に関する所要の基準情報をあらかじめ蓄積するとともに、該基準情報に基づき X 線測定手段による測定

動作を制御する制御手段を備えたことを特徴とする。

目標とする膜厚を高精度に得るためには、短い周期でX線測定手段による薄膜測定を繰り返し、その測定結果を薄膜形成装置の制御にフィードバックすることが好ましい。しかし、一般にその場観測においても薄膜測定中は薄膜の形成を停止させておくため、測定周期を短くする程、薄膜形成に要する時間は長くなる。

そこで、上記請求項2の発明を用いて、上記基準情報に基づき薄膜形成の終期に近づくに伴いX線測定手段による測定間隔を短縮していく方法を採用すれば、全体として測定回数を減らしつつ目標とする膜厚を高精度に測定することが可能となり、高い測定精度の維持と膜厚測定時間の短縮の双方を満足することができる。

#### 【0010】

X線入射窓及びX線取出窓は、薄膜形成炉から測定部に流入してくる薄膜物質の発生流に対し内面を非対向方向へ向けて配置することが好ましい（請求項3）。これにより、各窓への発生流の付着によるX線強度の低下を抑制することができる。

#### 【0011】

さらに、本発明は、薄膜形成炉内の雰囲気を変えることなく、測定部に配置したサンプル基板又はその表面を交換するサンプル基板交換手段を備えた構成とすることができる（請求項4）。一般に基板には多層の薄膜が形成されるが、それら各薄膜層に対する測定が終了する毎に、上記交換手段によってサンプル基板又はその表面を交換することで、各薄膜層を個別に測定して一層高精度な薄膜測定が可能となる。

#### 【0012】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について図面を参照して詳細に説明する。

図1は本発明の実施形態を示す構成図である。

本実施形態に係る薄膜測定装置は、薄膜形成炉20を有する薄膜形成装置10に付設されるもので、測定部30、X線測定装置40、及び制御系50を含んでいる。なお、制御系50は、X線測定装置40を制御するとともに、薄膜形成装

置も制御する機能を備えている。

【0013】

まず、薄膜形成装置10の概要を説明すると、同装置10は真空蒸着により基板表面に薄膜を形成する装置であって、薄膜形成炉20内には、その下部に蒸着物質Sが収納されるるつぼ21と、電子銃22とが備えられている。電子銃22からは、るつぼ21内の蒸着物質Sに向かって電子ビーム23が照射され、この電子ビーム23により蒸着物質Sが加熱されて溶融し且つ蒸発する。蒸発した蒸着物質Sは発生流S<sub>a</sub>となって薄膜形成炉20内を上昇し、同炉20内の上部にるつぼ21と対向して配設された基板24の表面に付着して薄膜S1を形成する。基板24の近傍には、ヒータ25が配設されており、基板24を加熱して発生流S<sub>a</sub>との温度差を縮めている。また、薄膜形成炉20には真空排気装置26が接続され、この真空排気装置26によって、薄膜形成炉20内は真空雰囲気を形成している。

【0014】

測定部30は、基板24の配設箇所近傍であって発生流S<sub>a</sub>の発生源であるるつぼ21と対向する位置、例えば、薄膜形成炉20の天井部に連通して設けられている。この測定部30は、薄膜形成炉20から一部突出して形成してあり、底部が開口して薄膜形成炉20内と連通している。この薄膜形成炉20内と連通する底部開口から発生流S<sub>a</sub>が上昇してくる。測定部30の上部には、るつぼ21と対向してサンプル基板装着部30aが設けてあり、ここにサンプル基板31が装着される。サンプル基板31は基板24と同じものであり、本実施形態に係る薄膜測定装置は、該サンプル基板31の表面に形成される薄膜を測定対象としている。なお、サンプル基板装着部30aは、基板24の装着構造と同等の構成となっている。また、サンプル基板31に対しても、必要に応じて背面に加熱用のヒータを配設することができる。

【0015】

測定部30の側壁には、その一面32aにX線入射窓33が設けてあり、また同面と対向する側壁面32bにはX線取出窓34は設けてある。これら各窓33、34は、ベリリウム等のX線吸収率の小さな材料をもって形成してある。各窓

33, 34 が形成された側壁面 32a, 32b は、るつぼ 21 とサンプル基板装着部 30a を結ぶ発生流 Sa の上昇軌道とほぼ平行な内面を有しており、この内面に沿って各窓 33, 34 の内面も配置されている。すなわち、X線入射窓 33 及び X線取出窓 34 は、測定部 30 に流入してくる発生流 Sa の軌道に対し内面を非対向方向へ向けて配置してある。したがって、るつぼ 21 から上昇してくる発生流 Sa は、各窓 33, 34 の側方をすり抜けてサンプル基板装着部 30a へと上昇していくので、各窓 33, 34 の内面に対する発生流 Sa の付着を抑制することができる。

## 【0016】

X線入射窓 33 は、後述するように X線源 41 から放射され且つ湾曲結晶モノクロメータ 42 で収束された X線を、同窓 33 を透して測定部 30 に装着したサンプル基板 31 の表面に照射するためのものである。また、X線取出窓 34 は、サンプル基板 31 から反射してきた X線を、同窓 34 を透して後述する X線検出器 43 へ導くためのものである。これら各窓 33, 34 に発生流 Sa が付着すると、入射 X線又は反射 X線の透過が遮られるため、それらの X線強度が低下し、その結果、X線検出精度が低下してしまう。本実施形態の構成によれば、上記のとおり、各窓 33, 34 の内面に対する発生流 Sa の付着を抑制しているので、X線強度低下による X線検出精度の低下を防止することができる。

## 【0017】

また、図 2 に示すように、側壁面 32a, 32b の内面を上部が外側へ突出するように傾斜させるとともに、この内面に沿って各窓 33, 34 の内面を配置した構成とすることもできる。これにより、各窓 33, 34 の内面は、測定部 30 に流入してくる発生流 Sa の軌道に対して、完全に非対向方向へ向けられるため、いっそう適切に発生流 Sa の付着が抑制される。

## 【0018】

X線測定装置 40 は、例えば、本出願人が先に提案している特開平 11-14561 号公報に記載されたような X線反射率測定を実行する X線光学系により構成されている。X線反射率測定によれば、数オングストロームレベルでの膜厚測定が可能であるとともに、薄膜表面や薄膜と基板との間の界面の状態、更には薄



膜の密度等についても測定が可能となる。

#### 【0019】

図3乃至図6は、X線反射率測定の実理を説明するための図であり、これらの図を参照してその測定原理を説明すると、図3に示すごとく、表面が平坦な物質101の表面すれすれにX線を入射、すなわち低角度 $\theta$ からX線を入射させると、該物質に特有の臨界角度以下ではX線が全反射を生じる。

#### 【0020】

この臨界角度は非常に小さく、例えばCuK $\alpha$ のX線に対し、Siやガラス板では0.22°、Niでは0.42°、そしてAuでは0.57°であり、物質の電子密度に依存して変化する。そして、X線の入射角度がこの臨界角度よりも大きくなるにしたがって、X線は次第に物質中へ深く入り込んでいく。そして、例えば、理想的な平面をもった物質では、図4に曲線Aで示すように、X線の入射角度 $\theta$ が臨界角度 $\theta_c$ 以上となると、X線反射率が $\theta^{-4}$ に比例して急激に減少する。さらに、物質の表面が粗れていると、減少の程度は破線Bで示すように一層大きくなる。図の縦軸において、 $I_0$ は入射X線強度であり、 $I$ は反射X線強度である。

#### 【0021】

図5に示すように、このような物質を基板101として、その基板101上に電子密度の異なる別の物質を均一に積層して薄膜102を形成する。そして、X線を低角度で入射すると、基板101と薄膜102との間の界面、および薄膜102の表面で反射したX線が、互いに強めあったり弱めあったりする。その結果、図6に示すごとく反射率曲線にX線の干渉による振動パターンCが現れる。

#### 【0022】

この振動パターンCの周期から、薄膜102の膜厚を決定でき、また振動パターンCの振幅の角度依存性から、表面および界面の情報が得られる。さらに、振動パターンの周期と振幅の両方を併せて検討することにより、薄膜102の密度を求めることができる。なお、通常のX線反射率測定では、図4および図6において、横軸 $\theta$ に関しては、0°～5°程度、広い範囲の場合で0°～10°の範囲で測定される。

## 【 0 0 2 3 】

次に、このようなX線反射率測定を実施するためのX線測定装置40の構成例を図7に基づいて説明すると、同装置40はX線源41、湾曲結晶モノクロメータ42、及びX線検出器43を含むX線光学系によって構成されている。

## 【 0 0 2 4 】

X線源41には、発散X線を放射するX線管を用いる。このX線源41は、例えば0.1mm程度以下の微小焦点のものが好ましい。なお、X線源1から放射される発散X線の焦点が大きい場合は、同X線源41の前方にスリットを配置して、微小焦点を形成してもよい。

## 【 0 0 2 5 】

湾曲結晶モノクロメータ42は、入射したX線を単色化して反射し、且つ収束させる機能を有している。すなわち、湾曲結晶モノクロメータ42にX線を入射させると、同モノクロメータ42を構成する結晶材料に応じた特性X線（例えば、 $K\alpha_1$ ）が反射し、その反射X線は所定の収束点に収束する。この湾曲結晶モノクロメータ42は、例えば $\alpha$ -水晶、Si、Geなどのほぼ完全な結晶材料を薄くスライスした後、表面を鏡面研磨し、かつ所定の曲率に湾曲成形して製作することができる。

## 【 0 0 2 6 】

上述したX線源41及び湾曲結晶モノクロメータ42を含むX線入射側の光学系は、湾曲結晶モノクロメータ42で反射したX線の収束点を、測定部30に配置したサンプル基板31の表面に位置決めするようにして、薄膜形成装置10の外部に配設される（図1参照）。

## 【 0 0 2 7 】

そして、例えば、図8（a）に示すごとく、湾曲モノクロメータ42から反射してきたX線束aの一方の外縁を、サンプル基板31の表面と平行になるように調整することで、 $0^\circ$  から収束角 $\Omega$ までの低角度領域（ $0^\circ \sim \Omega$ ）につき、X線反射率測定を同時に行なうことができる。

また、図8（b）に示すように、湾曲モノクロメータ2から反射してきたX線束aの一方の外縁を、サンプル基板31の表面に対して $\varepsilon$ だけ傾斜させれば、 $\varepsilon$

～ $\Omega$ の低角度領域につき、X線反射率測定を同時に行なうことができる。

【0028】

X線検出器43としては、X線強度を一次元または2次元で検出することができる各種のものが利用できる。例えば、イメージングプレート（IP）、X線検出用CCD、一次元PSDなどがX線検出器43として適用可能である。このX線検出器43は、X線取出窓34を透過してきたサンプル基板31からの反射X線を受光する位置に配置する。

【0029】

図1に戻り、制御系50は、測定データ処理部51、測定制御部52、電子銃制御部53を含んでいる。測定データ処理部51は、X線検出器43が検出したX線強度に基づきX線反射率測定に関するデータ処理を実行して、サンプル基板31の表面に形成された薄膜の厚さを算出する。また、X線反射率測定により得られる薄膜表面や薄膜と基板との間の界面の状態、薄膜の密度等に関する情報もこの測定データ処理部51におけるデータ処理によって得ることができる。

【0030】

ここで、測定部30に配置されたサンプル基板31と、薄膜形成炉20内に配置された基板24とでは、発生流Saの付着状況が僅かながら相違しているため、サンプル基板31の表面に形成される薄膜S2と基板24に表面に形成される薄膜S1とは、膜厚に差が生じることは避けられない。そこで、その場観測に先立ち、測定部30に配置されるサンプル基板Saに対する膜厚等のデータ（測定データ）と、薄膜形成炉20内に配置される基板24に対する膜厚等のデータ（真のデータ）との差（補正值）を求めておき、測定データ処理部51においては、その差分を補正して測定データを真のデータに一致させている。

【0031】

電子銃制御部53は、薄膜形成炉20内に配設した電子銃22の出力を制御する。すなわち、この電子銃制御部53によって、電子銃22の出力電圧及び出力時間が制御される。

【0032】

測定制御部52は、X線測定装置40及び電子銃制御部53に所要の指令信号

を与える。この測定制御部 5 2 からの指令信号によって、電子銃制御部 5 3 が電子銃 2 2 を所定の出力電圧をもって作動させ、基板 2 5 及びサンプル基板 3 1 に対する薄膜形成が行われる。一方、測定制御部 5 2 からの指令信号によって、X 線測定装置 4 0 の X 線源 4 1 が作動して、薄膜測定が行われる。

#### 【 0 0 3 3 】

これら薄膜形成動作と薄膜測定動作は交互に行われる。すなわち、測定制御部 5 2 から電子銃制御部 5 3 に駆動指令信号が出力されて、同指令信号に基づき電子銃制御部 5 3 が電子銃 2 2 を作動させ、基板 2 5 及びサンプル基板 3 1 に対する薄膜形成が一定時間実施される。その後、測定制御部 5 2 から電子銃制御部 5 3 に停止指令信号が出力されて、同指令信号に基づき電子銃制御部 5 3 が電子銃 2 2 の出力を停止する。続いて、測定制御部 5 2 から X 線源 4 1 に駆動指令信号が出力されて、X 線源 4 1 が作動し、X 線測定装置 4 0 による薄膜測定が実行される。そして、測定制御部 5 2 は、X 線源 4 1 に停止指令信号を出力するとともに、測定データ処理部 5 1 から薄膜に関する測定データを入力する。X 線源 4 1 は、停止指令信号を入力したとき X 線の出力を停止する。

#### 【 0 0 3 4 】

上記薄膜形成動作と薄膜測定動作を交互に繰り返して、測定データが目標の膜厚となった時点で、一つの薄膜層に関する薄膜形成動作と薄膜測定動作を終了する。一般に、基板 2 4 の表面には異なる蒸着物質 S により多層膜が積層して形成される。そして、その多層膜を構成する各薄膜層毎に目標の膜厚が設定されている。したがって、薄膜形成動作と薄膜測定動作も各薄膜層単位で実行される。なお、二層目以降の膜厚は、一般的な多層膜反射率測定・解析法を用いて、測定された膜厚と先に測定された薄膜層の膜厚の差をもって求めることができる。

#### 【 0 0 3 5 】

さて、目標とする膜厚を高精度に得るためには、短い周期で薄膜測定を繰り返し、その測定結果を参照しながら薄膜形成動作を実行していくことが好ましい。しかし、既述したように短い周期で薄膜測定を繰り返した場合、薄膜形成に要する時間は長くなってしまう。そこで、本実施形態では、薄膜形成に関する基準情報をあらかじめデータベース化して測定制御部 5 2 に蓄積し、同制御部 5 2 が

該基準情報に基づいてX線測定装置40を制御する構成としてある。

【0036】

薄膜形成に関する基準情報としては、例えば、図9（a）に示すような薄膜形成装置10による薄膜形成時間（電子銃22の作動時間） $t$ と基板25に形成される薄膜S1の厚さ $D_t$ との関係が挙げられる。そして、測定制御部52は、この基準情報に基づいて、薄膜S1が形成される初期段階で測定間隔 $t_1$ を長くし、膜厚S1が目標の厚さ $D_0$ に近づくにつれて測定間隔を $t_2, t_3, \dots, t_n$ （ $t_2 > t_3 > \dots > t_n$ ）のごとく短縮して制御を実行する。これにより、薄膜形成の初期段階で比較的長時間の連続した薄膜形成動作を行うことができるので、薄膜形成動作が促進される。一方、膜厚S1が目標の厚さ $D_0$ に近づくにつれて測定間隔を短くすることで、目標膜厚を高精度に測定することが可能となる。そして、測定された膜厚が目標の膜厚となった時点で、当該薄膜層の形成動作を終了する。

【0037】

また、図9（b）に示すごとく、膜厚が目標の膜厚 $D_0$ に近づくにつれて膜厚形成速度を遅らせた内容の基準情報を作成しておき、この基準情報に基づいてX線測定装置40を制御する構成とすれば、いっそう高精度に目標膜厚を測定することが可能となる。この場合は、時間対する電子銃22の出力変化（すなわち、発生流 $S_a$ 発生量の変化）も基準情報に含まれる。

【0038】

なお、本発明は上述した実施形態に限定されるものではない。

例えば、薄膜形成炉20内の雰囲気を変えることなく、測定部30に配置したサンプル基板又はその表面を交換するサンプル基板交換手段を備えた構成とすることもできる。

【0039】

図10はそのようなサンプル交換手段の構成例を示す図である。同図に示すサンプル交換手段は、測定部30に隣接してサンプル交換室60を設け、測定部30とサンプル交換室60の間をターンテーブル61が回転移動する構成としてある。サンプル交換室60は測定部30とは隔離されており、ターンテーブル61

が各室間を移動するための間隙も真空シールされている。

#### 【 0 0 4 0 】

ターンテーブル 6 1 には、例えば、回転軸 6 2 を中心とする対称位置にサンプル基板 3 1 の装着部 6 3 が設けてあり、一方の装着部 6 3 に装着されたサンプル基板 3 1 に対する薄膜測定が終了した後、ターンテーブル 6 1 を回転して他方の装着部 6 3 に装着してある別のサンプル基板 3 1 を測定部 3 0 に配置する。薄膜層が形成されたサンプル基板 3 1 は、サンプル交換室 6 1 において、開閉扉 6 4 から取り出され、その装着部 6 3 に新規のサンプル基板 3 1 が装着される。なお、サンプル交換室 6 0 には真空排気装置 6 5 が設けてあり、開閉扉 6 4 の開放により外気が流入した同室 6 0 を、真空排気している。

#### 【 0 0 4 1 】

図 1 1 はサンプル交換手段の他の構成例を示す図である。同図に示すサンプル交換手段は、帯状のサンプル基板 7 0 を供給リール 7 1 から導出し、測定部 3 0 を経由して巻取りリール 7 2 に巻取る構成としてある。測定部 3 0 の側壁に設けた入口と出口には、サンプル基板を測定部 3 0 の所定位置に配置するとともに、測定部 3 0 を密閉するための案内ローラ 7 3, 7 4 が設けてある。

測定部 3 0 に配置されたサンプル基板 7 0 の部位に薄膜層が形成され、同層に関する薄膜測定は終了した後、サンプル基板 7 0 を巻取り、新たな部位を測定部 3 0 に配置する。

以上のようなサンプル交換手段を備えることにより、各薄膜層ごとに独立して薄膜測定を実施することが可能となる。

#### 【 0 0 4 2 】

また、X線測定装置の設置個所に制限のある場合は、測定部に配置されるサンプル基板を発生流に対して  $45^{\circ}$  以内の角度で傾斜させることにより、X線の入射方向及びX線検出方向を適宜調整することもできる。

#### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、X線を用いて薄膜を測定するので、極めて高精度なその場観測による薄膜測定を実現することができる。しかも、X線入射窓及びX線取出窓を側壁に有する測定部を別途備えるので、X線測定手段を

周囲の環境も考慮して柔軟に配置することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

この発明の実施形態に係る薄膜測定装置を備える薄膜形成装置の断面構成図である。

【図 2】

測定部の変形例を示す断面構成図である。

【図 3】

X線反射率測定の実理を説明するための模式図である。

【図 4】

X線反射率曲線の一例を示す図である。

【図 5】

X線反射率測定の実理を説明するための他の模式図である。

【図 6】

X線反射率曲線の他の一例を示す図である。

【図 7】

X線測定装置の構成図である。

【図 8】

サンプル基板に対する X 線の入射角の例を示す模式図である。

【図 9】

測定制御部の制御動作を説明するための図である。

【図 1 0】

サンプル交換手段の一例を示す断面構成図である。

【図 1 1】

サンプル交換手段の他の例を示す断面構成図である。

【符号の説明】

1 0 : 薄膜形成装置

2 0 : 薄膜形成炉

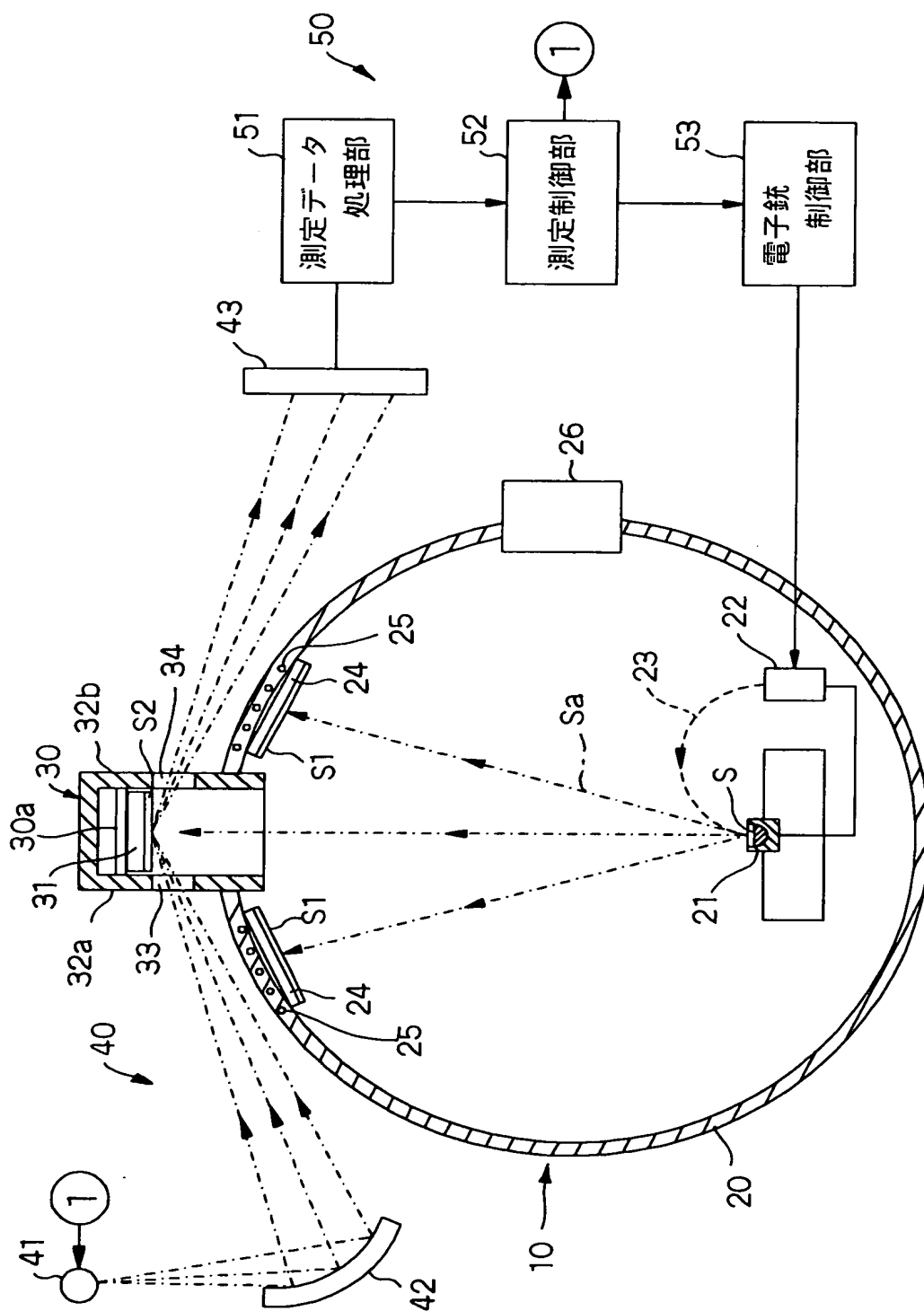
2 1 : るつば

- 2 2 : 電子銃
- 2 3 : 電子ビーム
- 2 4 : 基板
- 2 5 : ヒータ
- 2 6 : 真空ポンプ
- 3 0 : 測定部
- 3 0 a : サンプル基板装着部
  - 3 1 : サンプル基板
  - 3 3 : X線入射窓
  - 3 4 : X線取出窓
- 4 0 : X線測定装置
  - 4 1 : X線源
  - 4 2 : 湾曲結晶モノクロメータ
  - 4 3 : X線検出器
- 5 0 : 制御装置
  - 5 1 : 測定データ処理部
  - 5 2 : 測定制御部
  - 5 3 : 電子銃制御部
- 6 0 : サンプル交換室
  - 6 1 : ターンテーブル
  - 6 4 : 開閉扉
  - 6 5 : 真空排気装置
- 7 0 : サンプル基板
  - 7 1 : 供給リール
  - 7 2 : 巻取りリール
  - 7 3, 7 4 : 案内ローラ

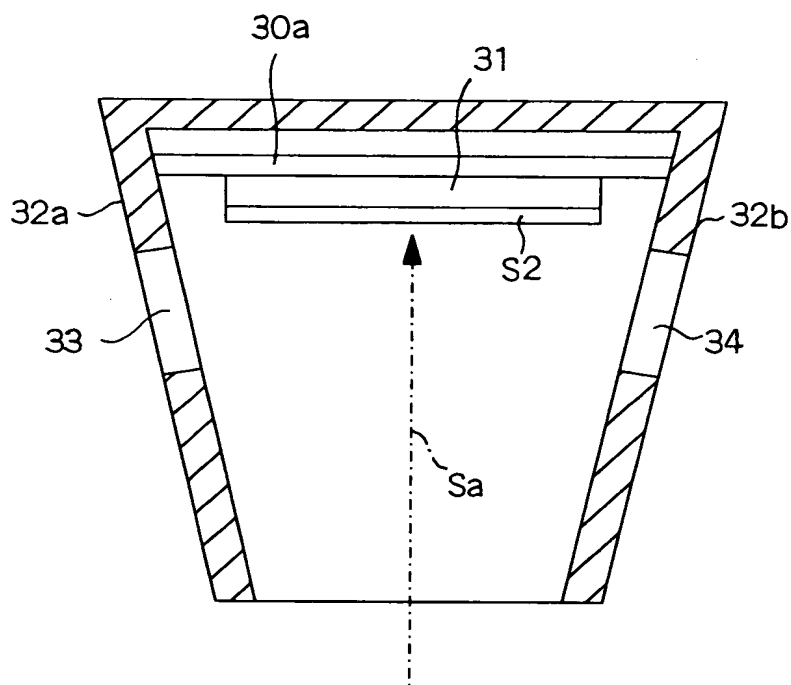


【書類名】 図面

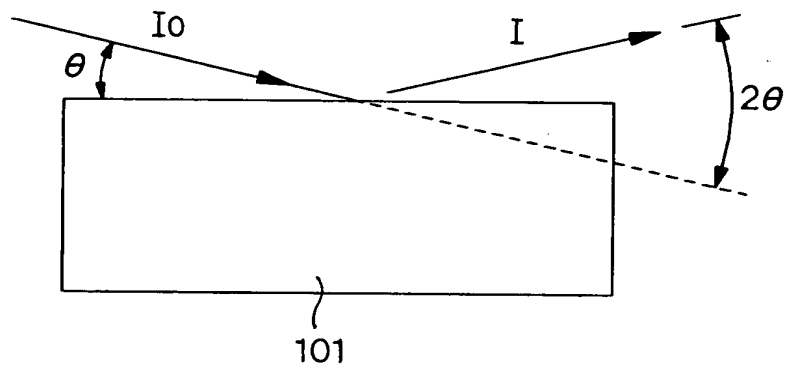
【図 1】



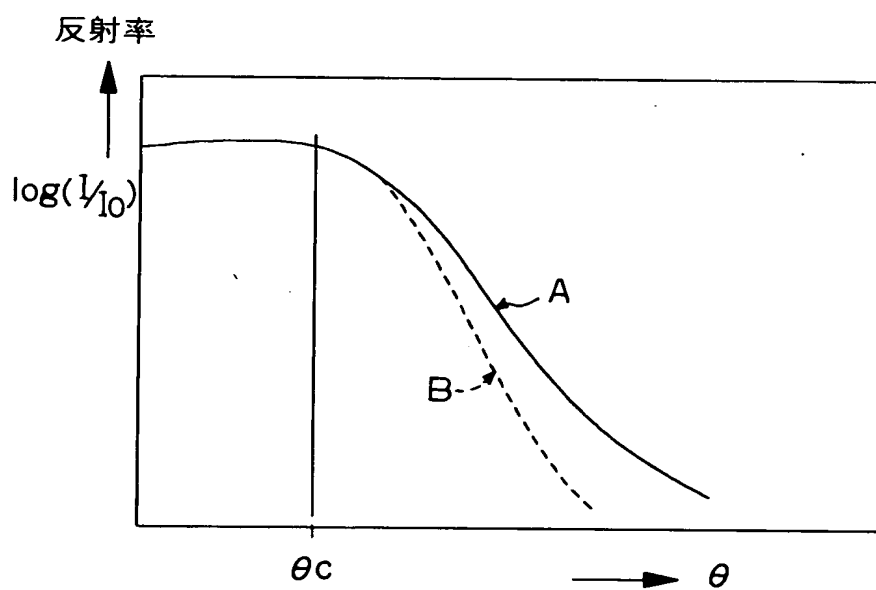
【図 2】



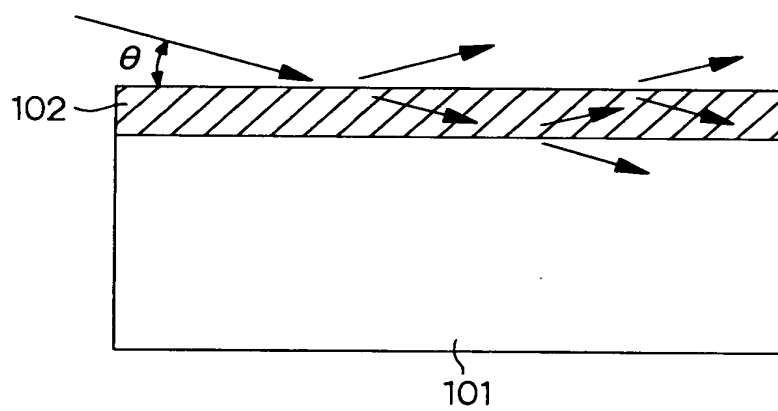
【図3】



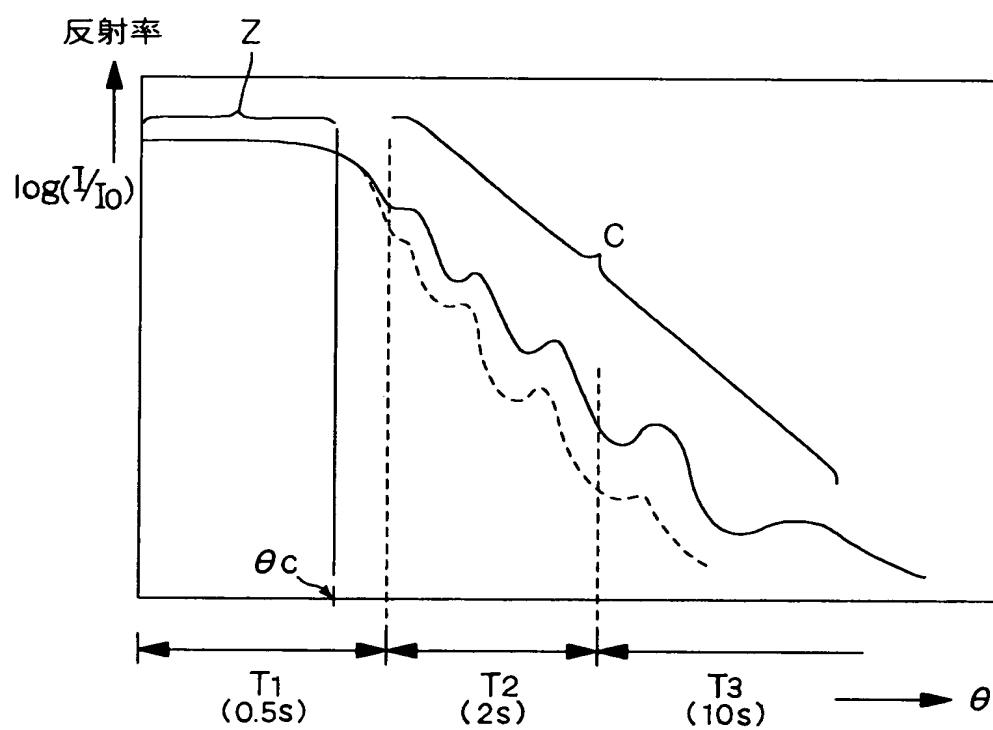
【図 4】



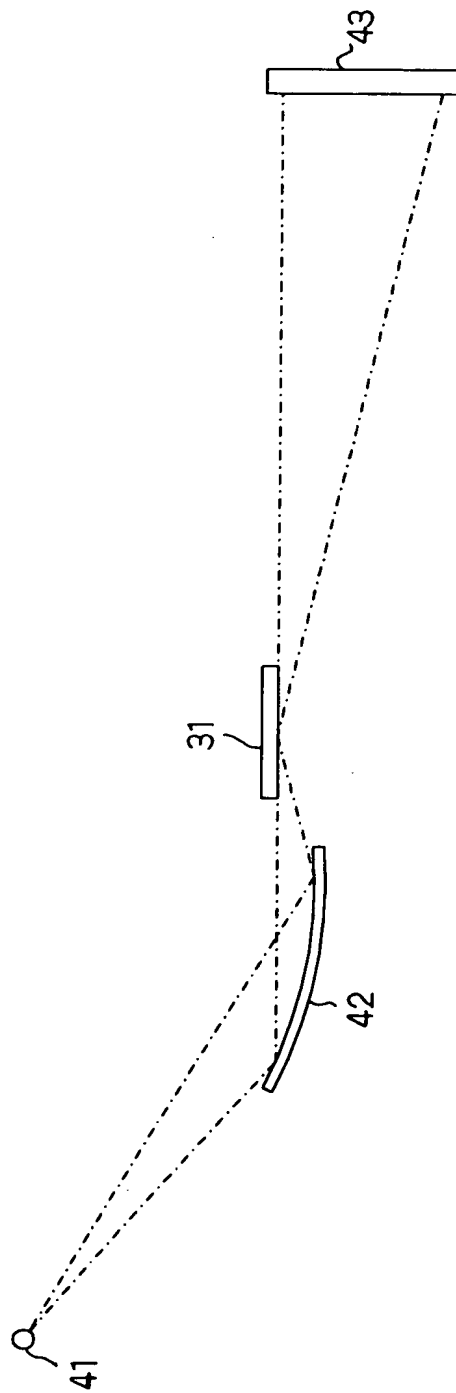
【図 5】



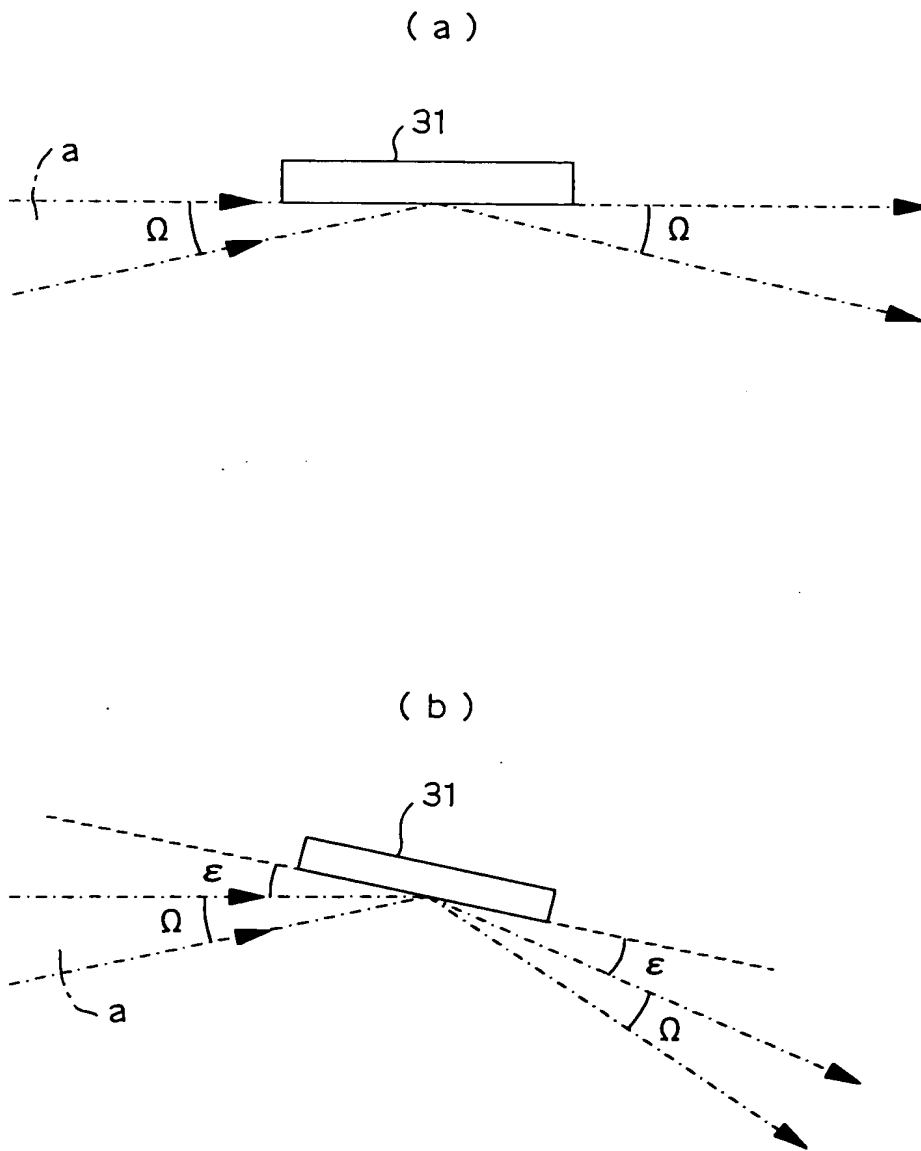
【图 6】



【図 7】

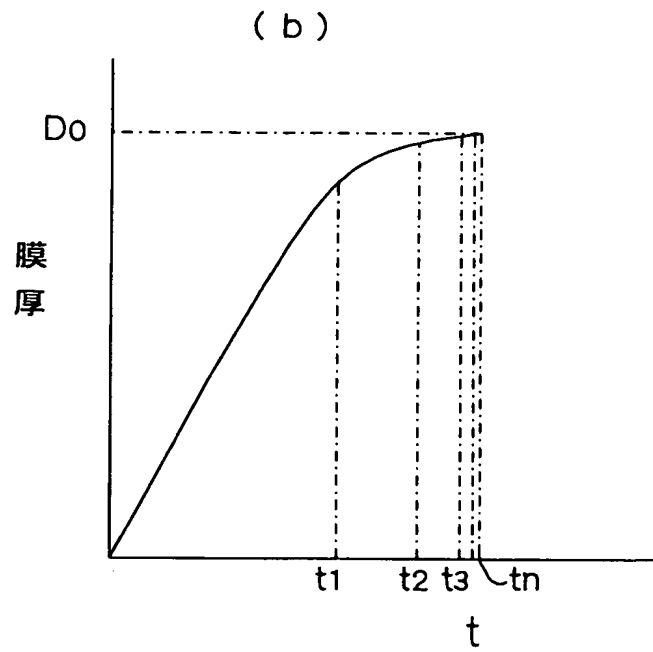
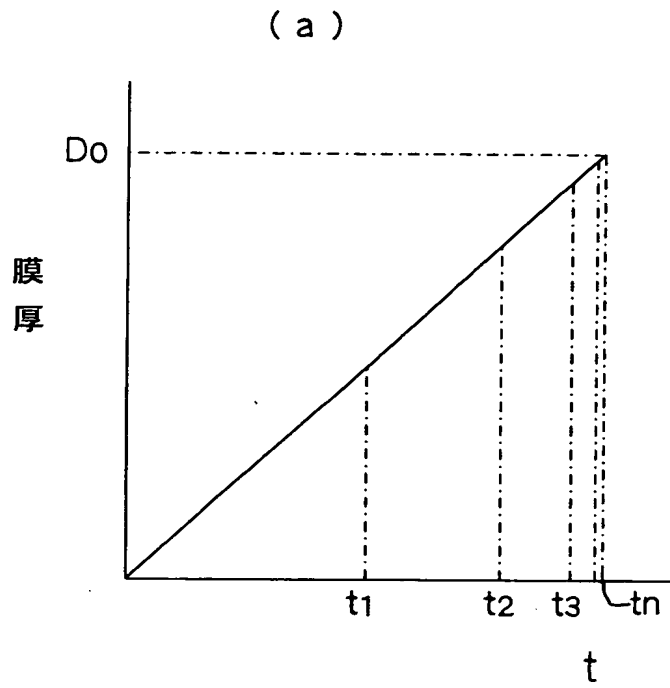


【図 8】

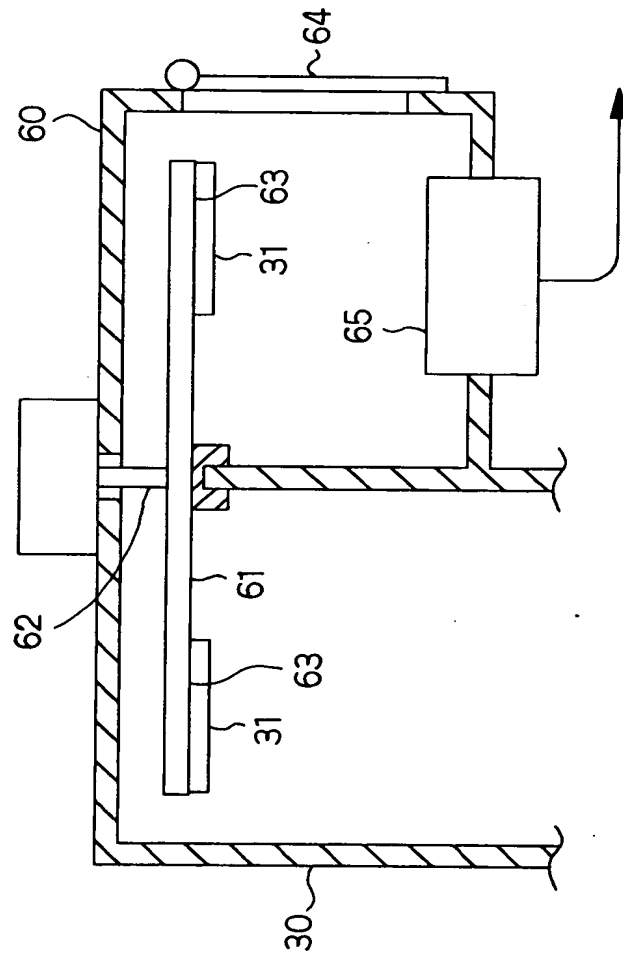




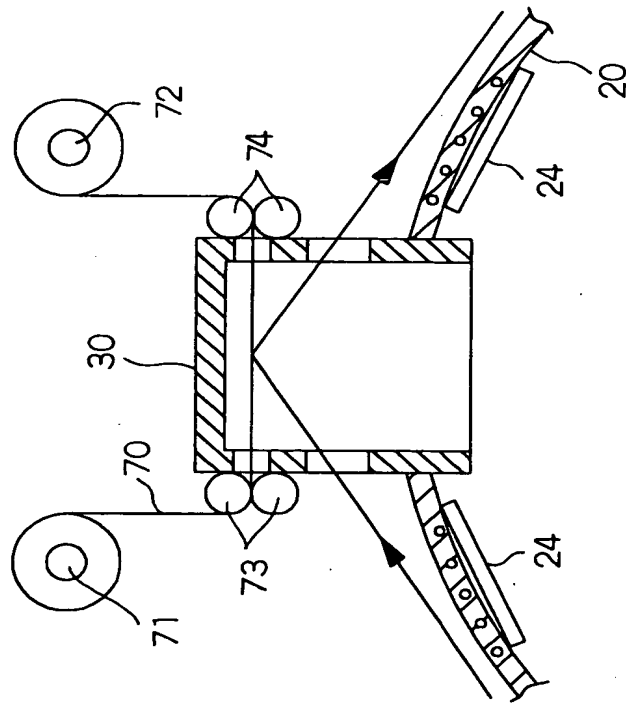
【図 9】



【図 1 0】



【図 1 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 極めて高精度なその場観測による薄膜測定と測定時間の短縮の双方を実現し得る薄膜測定装置を提供する。

【解決手段】 密閉された薄膜形成炉 2 0 内に薄膜基板 2 4, 2 4 を配置し、この基板 2 4, 2 4 の表面に薄膜 S 1 を形成する薄膜形成装置 1 0 において、薄膜形成炉 2 0 と連通する箇所に測定部 3 0 を設け、測定部 3 0 には薄膜形成炉 2 0 から流入してくる薄膜物質を付着させるサンプル基板 3 1 が備えられている。測定部 3 0 の側壁には X 線入射窓 3 2 及び X 線取出窓 3 3 が設けられており、薄膜形成炉 2 0 の外部に設置された X 線測定装置 4 0 により X 線が X 線入射窓 3 2 を透して測定部 3 0 のサンプル基板 3 1 に照射されるとともに、サンプル基板 3 1 にて反射してきた X 線を X 線取出窓 3 3 を透して検出する。X 線の照射及び検出のタイミングは制御装置 5 0 に予め入力されており、所定の周期にて間欠的に行われる。この周期は薄膜の形成完了に近づくにしたがって漸次減少するように設定されており、検出された X 線は制御装置 5 0 により所定の補正係数に基づいて薄膜基板 2 4, 2 4 の表面に形成された薄膜 S 1 の膜厚データに変換されて、この膜厚データと制御装置 5 0 に予め入力された薄膜形成速度の基準情報とに基づいて電子銃 2 2 の出力制御が行われる。このため、高精度なその場観測による薄膜測定と測定時間の短縮の双方を実現することができる。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-137629
受付番号	50000577874
書類名	特許願
担当官	大畑 智昭 7392
作成日	平成12年 5月22日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000250339
【住所又は居所】	東京都昭島市松原町3丁目9番12号
【氏名又は名称】	理学電機株式会社

【代理人】

申請人	
【識別番号】	100101867
【住所又は居所】	東京都杉並区荻窪4丁目28番9号 荻窪サニー ガーデン301号 山本国際特許事務所
【氏名又は名称】	山本 寿武

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000250339]

1. 変更年月日	1994年 4月 8日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都昭島市松原町3丁目9番12号
氏 名	理学電機株式会社